

JP00/3780
日本国特許庁PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

09.06.00

09/762920

REC'D 27 JUL 2000

WIPO PCT

4
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日

Date of Application:

1999年12月 7日

出願番号

Application Number:

平成11年特許願第347391号

出願人

Applicant (s):

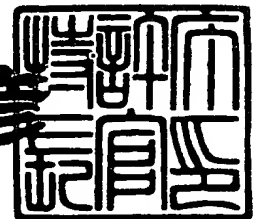
帝人株式会社

PRIORITY
DOCUMENTSUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2000年 6月29日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

近藤隆彦



出証番号 出証特2000-3054135

【書類名】 特許願

【整理番号】 P33035

【提出日】 平成11年12月 7日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C08G 63/16
B29C 55/12

【発明の名称】 磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルム

【請求項の数】 6

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社 相模原研究センター内

【氏名】 小林 家康

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県相模原市小山3丁目37番19号 帝人株式会社 相模原研究センター内

【氏名】 大澤 利文

【特許出願人】

【識別番号】 000003001

【氏名又は名称】 帝人株式会社

【代表者】 安居 祥策

【代理人】

【識別番号】 100077263

【弁理士】

【氏名又は名称】 前田 純博

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010250

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9701951

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルム

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 厚みが $3 \sim 7 \mu$ の二軸配向ポリエステルフィルムであって、
(1) 縦方向に $170 (g/12.65mm)$ の荷重をかけ、 $49^{\circ}C$ 、 $90\%RH$ で 72 時間処理したときの処理前後の幅方向の寸法変化が 0.40% 以下で、
(2) フィルムの結晶化度が $27 \sim 45\%$ で、
(3) フィルムの幅方向の温度膨張係数 $\alpha_t (\times 10^{-6}/^{\circ}C)$ と湿度膨張係数 $\alpha_h (\times 10^{-6}/\%RH)$ の関係が $(\alpha_t + 2\alpha_h) \leq 45$ であり、かつ
(4) フィルムの幅方向の熱収縮率が $0 \sim 0.7\%$ である
ことを特徴である磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項 2】 フィルムが少なくとも 2 層からなる積層フィルムであり、その磁性層塗布側の表面粗さ WRa (中心面平均粗さ) が $1 \sim 10nm$ で、 WRz (10 点平均粗さ) が $30 \sim 250nm$ であり、かつバックコート塗布側の表面粗さ WRa が $5 \sim 20nm$ で、 WRz が $100 \sim 300nm$ である請求項 1 記載の磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項 3】 フィルムの縦方向ヤング率が $6GPa$ 以上、横方向ヤング率が $4GPa$ 以上、かつ縦方向ヤング率と横方向ヤング率の和が $10 \sim 20GPa$ である請求項 1 または 2 に記載の磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項 4】 フィルムの縦方向ヤング率が横方向ヤング率より大きい請求項 3 に記載の磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項 5】 ポリエステルがポリエチレン-2, 6-ナフタレートである請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルム。

【請求項 6】 デジタル記録型磁気記録媒体用である請求項 1 または 2 記載の磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルム。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は磁気記録媒体用、特にデジタルデータストレージテープ用二軸配向ポリエステルフィルムに関する。

【0002】

【従来の技術】

ポリエステルフィルムは優れた熱、機械特性から磁気記録媒体用、電気絶縁用など広い分野で用いられている。中でも、磁気記録媒体用、特にデータストレージ用途においては、テープの高容量化、高密度化がかなり進み、それに伴ってベースフィルムへの特性要求も厳しいものとなっている。QIC、DLT、更に高容量のスーパーDLT、LTO等、リニアトラック方式を採用するデータストレージ用途では、テープの高容量化を実現するために、トラックピッチを非常に狭くしており、テープ幅方向の寸法変化によって、トラックずれを引き起こし、エラーが発生するという問題をかかえている。これらの寸法変化は、温湿度変化によるものと、高張力下で高温高湿の状態で繰り返し走行させたときに生じる幅方向の経時収縮によるものとがある。この寸法変化が大きいと、トラックずれを引き起こし、電磁変換時のエラーが発生する。特に、後者の場合、テープ記録高容量化に伴ってテープ厚みを薄くすることにより顕著となり、この寸法変化の改善が新たな課題となっている。この幅方向の経時収縮は、ベースフィルムの縦方向ヤング率を大きくすることで良化できるが、他方ではポリマー特性と製膜性の点から、縦方向のヤング率を大きくすればする程、横方向のヤング率の上限は小さくなり、結果として、前者の温湿度変化による寸法変化が大きくなり、両者を両立させることが難しい状況にある。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記問題を解決し、特にリニアトラック方式のデジタルデータストレージ用途において、テープ幅の寸法変化によるトラックずれによるエラーが発生し難く、出力特性を向上させることを目的とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】

本発明の目的は、本発明によれば、

厚みが $3 \sim 7 \mu$ の二軸配向ポリエステルフィルムであって、

(1) 縦方向に $170 (g/12.65 mm)$ の荷重をかけ、 $49^{\circ}C$ 、 $90\% RH$ で 72 時間処理したときの処理前後の幅方向の寸法変化が 0.40% 以下で、

(2) 該フィルムの結晶化度が $27 \sim 45\%$ で、

(3) 該フィルムの幅方向の温度膨張係数 $\alpha_t (\times 10^{-6}/^{\circ}C)$ と湿度膨張係数 $\alpha_h (\times 10^{-6}/\% RH)$ の関係が $(\alpha_t + 2\alpha_h) \leq 45$ であり、かつ

(4) 該フィルムの幅方向の熱収縮率が 0.7% 以下である

ことを特徴とする磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルムによって達成される。

【0005】

[ポリエステル]

本発明におけるポリエステルとしては、例えばポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンイソフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレン-2,6-ナフタレート、ポリエチレン- α , β -ビス(2-クロルフェノキシ)エタン-4,4'-ジカルボキシレート等を挙げることがでる。これらの中でもポリエチレンテレフタレート、ポリエチレン-2,6-ナフタレート、ポリエチレン- α , β -ビス(2-クロルフェノキシ)エタン-4,4'-ジカルボキシレートが好ましく、特にポリエチレン-2,6-ナフタレートが好ましい。

【0006】

本発明におけるポリエステルは、先に挙げたポリマの中の1種類の単独でも、2種以上のポリエステルの共重合体や、2種以上のポリエステルの混合体であってもかまわない。また、本発明の効果を阻害しない範囲であれば、各種添加剤が添加されていてもかまわない。

【0007】

前記ポリエステルは、 α -クロロフェノール中の溶液として $35^{\circ}C$ で測定して求めた固有粘度が $0.4 \sim 0.9$ 、さらには $0.5 \sim 0.7$ 、特に $0.51 \sim 0.65$ のものが好ましい。

【0008】

〔表面粗さおよび添加粒子〕

本発明における二軸配向ポリエステルフィルムは単層フィルムでも積層フィルムでも良い。そして、これらフィルムの磁性層を設ける側の表面粗さWRa（中心面平均粗さ）は1～10nm、さらには2～10nm、特に2～8nmであることが好ましい。かつまた、WRz（10点平均粗さ）は30～250nm、さらには30～200nm、特に30～150nmであることが好ましい。この表面粗さWRaが10nmより大きい、あるいはWRzが150nmより大きいと、磁性層の表面が粗くなり、満足し得る電磁変換特性が得られなくなる。一方、この表面粗さWRaが1nm未満、あるいはWRzが30nmより未満であると、表面が平坦になりすぎ、パスロールまたカレンダーでの滑りが悪くなり、しわが発生し、磁性層をうまく塗布できなくなったり、またうまくカレンダーをかけられなくなってしまう。

【0009】

前記二軸配向ポリエステルフィルムの非磁性層側（例えば、バックコート層塗布側）の表面粗さWra（中心面平均粗さ）、WRz（10点平均粗さ）は単層フィルムの場合、前記した磁性層を設ける側の表面粗さWRa、WRzと実質的に同じである。そしてこの場合、表面粗さWRa、WRzの値は電磁変換特性と走行性を満足させる点から選択される。

また積層フィルムの場合、非磁性層側のフィルム表面粗さWRa（中心面平均粗さ）は5～20nm、さらには5～15nm、特に8～12nmであることが好ましい。かつまた、WRz（10点平均粗さ）は100～300nm、さらには100～200nm、特に150～200nmであることが好ましい。この表面粗さWRaが20nmより大きい、あるいはWRzが300nmより大きいと、平坦層（磁性層）側表面への突起の突き上げ、また磁気テープ巻取時の磁性層表面への表面凹凸の転写が大きくなり、磁性層面が粗れ、満足し得る電磁変換特性が得られなくなる。一方、この表面粗さWRaが5nm未満、あるいはWRzが100nm未満であると、フィルムの滑りが悪くなったり、あるいはエアースクイズ性の悪くなり、フィルムスリット時、ブツが発生したり、あるいは縦シワが発生し、満足し得る巻取性が得られない。

【0 0 1 0】

前記表面粗さWR a、WR zは、フィルム中に不活性微粒子例えば、周期律表第II A、第II B、第IV A、第IV Bの元素を含有する無機微粒子（例えば、カオリン、アルミナ、酸化チタン、炭酸カルシウム、二酸化ケイ素など）、架橋シリコーン樹脂、架橋ポリスチレン、架橋アクリル樹脂粒子等の如き耐熱性の高いポリマーよりなる微粒子などを含有させることで、あるいは微細凹凸を形成する表面処理例えば易滑塗剤のコーティング処理によって調整することができる。不活性微粒子を含有させる場合、微粒子の平均粒径は0.05～0.8 μm 、さらには0.1～0.6 μm であることが好ましく、特には0.1～0.4 μm であることが好ましい。またこの量は0.001～1.0重量%（対ポリマー）、さらには0.01～0.5重量%（対ポリマー）であることが好ましく、特には0.02～0.3重量%（対ポリマー）であることが好ましい。また、フィルム中に含有させる不活性粒子は単成分系でも多成分系でも良いが、特に非磁性層側のポリマーには、テープの電磁変換特性とフィルムの巻取性の両立から、二成分系あるいは、それ以上の多成分系の不活性粒子を含有させることが好ましい。フィルム表面のWR aの調整は、微粒子の平均粒径、添加量を上記の範囲から適宜選択することで行うと良い。また、WR zは微粒子の粒径をシャープにしたり、粗大粒子を除去する等の手段を用いることで調整するのが好ましい。

【0 0 1 1】

本発明における二軸配向ポリエステルフィルムは、単層フィルムでも、積層フィルムでも良いが、テープの電磁変換特性とフィルムの巻取り性を両立させるのが容易である点からは、積層フィルムの方がより好ましい。この積層フィルムとしては、二種以上のポリエステルを積層したものがあげられる。なお、二種以上のポリエステルを積層した積層フィルムの各々の層のポリエステルは同じものでも違ったものでもよいが、同じものの方がより好ましい。

【0 0 1 2】

本発明における二軸配向ポリエステルフィルムには、また、接着性あるいは易滑性向上のため、片面あるいは両面に塗布層をコーティングしたものも含まれる。塗布層としてはポリエステル系、ポリウレタン系あるいはポリアクリル系の水

性樹脂（例えば水溶性樹脂、水分散性樹脂等）を固形分中に 5 0 重量%以上含有することが好ましい。前記水性樹脂は塗膜形成水性樹脂として公知のものを用いることが出来る。また、易滑性向上のために、塗布層に不活性粒子を含有してもよい。この不活性粒子としては、コロイダルシリカ等の無機粒子、あるいは 架橋アクリル樹脂粒子、シリコーン樹脂粒子、ポリスチレン粒子等の有機粒子があげられるが、耐削れ性の観点からは無機粒子より、有機粒子の方がより好ましい。この粒子の平均粒径は、好ましくは 5 ~ 1 0 0 n m、さらに好ましくは 5 ~ 5 0 n m、特に好ましくは 5 ~ 3 0 n m である。粒子の含有量は、塗剤固形分中、好ましくは 0 . 5 ~ 4 0 重量%、さらに好ましくは 1 ~ 3 0 重量%、特に好ましくは 5 ~ 2 0 重量%である。粒子は球形に近いものがより好ましく、また粒径もそろったものがより好ましい。また、塗布層には界面活性剤を固形分中に好ましくは 1 ~ 3 0 重量%、さらに好ましくは 5 ~ 2 0 重量%、特に好ましくは 5 ~ 1 5 重量%含有させることが好ましい。塗布層の厚み（固形分）は、好ましくは 1 ~ 5 0 n m、さらに好ましくは 1 ~ 3 0 n m、特に好ましくは 3 ~ 2 0 n m である。

【 0 0 1 3 】

なお、塗布層の形成は、ポリエステルフィルムの製膜工程で一軸延伸後塗布し、二軸延伸時に乾燥して形成するインライン塗布方式でも、あるいは二軸配向フィルムに塗布するオフライン塗布方式でもよいが、インライン塗布方式の方が塗膜形成の観点からより好ましい。

【 0 0 1 4 】

[フィルム厚み]

本発明における二軸配向ポリエステルフィルムは、全体の厚みが 3 ~ 7 μ m、好ましくは 4 ~ 6 μ m である。この厚みが 7 μ m を超えると、テープ厚みが厚くなりすぎ、例えばカセットに入れるテープ長さが短くなり、十分な磁気記録容量が得られない。一方、3 μ m 未満ではフィルム厚みが薄い故に、フィルム製膜時にフィルム破断が多発し、またフィルムの巻取り性が不良となり、良好なフィルムロールが得られない。

【 0 0 1 5 】

【荷重下温湿度処理による幅寸法変化】

本発明における二軸配向ポリエステルフィルムは、12.65mm幅のフィルムの縦方向に170 (g/12.65mm) の荷重をかけ、温度49℃、湿度90%RHで72hr処理したときの処理前後の幅方向の寸法変化が0.4%以下のものである。好ましくは0.35%以下、特に好ましくは0.3%以下である。この寸法変化が0.4%より大きいと、高張力下かつ高温高湿の状態で、テープを繰り返し走行させたとき、幅方向の寸法変化が大きくなり、トラックずれを引き起こし、記録・再生のエラーを発生させるようになる。

【0016】

【結晶化度】

本発明における二軸配向ポリエステルフィルムの結晶化度は27~45%、好ましくは30~40%、特に好ましくは30~45%である。この結晶化度が27%未満であると、前述の縦方向荷重による幅方向の寸法変化が大きくなり、トラックずれを生じるので好ましくない。一方、結晶化度が45%を超えると、温湿度変化に伴う可逆的な幅寸法変化が大きくなり、トラックずれが生じるので好ましくない。

【0017】

【熱収縮率】

本発明における二軸配向ポリエステルフィルムの横方向の熱収縮率は0~0.7%、この好ましくは0~0.5%、特に好ましくは0~0.3%である。この熱収縮率が0%以下の場合、フィルムが伸び方向となり、フィルムが浪打ち、うまく巻けなくなったり、また製膜工程等で削れが発生が発生する。一方、0.7%を超えると、荷重下温湿度処理による幅寸法変化が大きくなり、トラックずれが生じるので好ましくない。

【0018】

【膨張係数】

本発明における二軸配向ポリエステルフィルムは、さらに、フィルム幅方向の温度膨張係数 α_t ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) と湿度膨張係数 α_h ($\times 10^{-6}/\% \text{RH}$) の関係が $(\alpha_t + 2\alpha_h) \leq 45$ 、好ましくは $(\alpha_t + 2\alpha_h) \leq 40$ 、特に好ま

しくは $(\alpha t + 2 \alpha h) \leq 35$ である。 $(\alpha t + 2 \alpha h)$ の値が 45 より大きいと、温湿度変化による寸法変化が大きくなり、トラックずれを引き起こし、記録・再生のエラーを発生させるようになる。

【0019】

〔ヤング率〕

本発明における二軸配向ポリエステルフィルムは、縦方向のヤング率が 6 GPa 以上、さらには 7 GPa 以上、特に 8 GPa 以上であることが好ましい。縦方向のヤング率が 6 GPa 未満であると、磁気テープの縦方向強度が弱くなり、記録・再生時に縦方向に強い力がかかると、容易に破断してしまう。また、フィルム横方向のヤング率は 4 GPa 以上、さらには 5 GPa 以上、特に 6 GPa 以上であることが好ましい。横方向のヤング率が 4 GPa 未満であると、リニアートラック方式の磁気テープとした場合、温湿度変化時の幅方向の寸法変化が大きくなり、トラックずれによる記録・再生のエラーが発生してしまう。

【0020】

また、前記二軸配向ポリエステルフィルムは縦方向のヤング率と横方向のヤング率の和が 10 ~ 20 GPa、更には 12 ~ 16 GPa であることが好ましい。さらに、リニアートラック方式の磁気テープ用として供する場合、縦方向の伸びを少なくする点から、縦方向のヤング率が横方向のヤング率より大きいことが好ましい。縦方向のヤング率と横方向のヤング率の和が 10 GPa 未満であると、磁気テープの強度が弱くなり、テープが容易に破断したり、また温湿度変化時の寸法変化が大きくなり、トラックずれによる記録・再生のエラーが発生し、満足し得る高密度磁気媒体が得られない。一方、20 GPa を超えると、フィルム製膜時、延伸倍率が高くなり、フィルム破断が多発し、製品歩留りが著しく悪くなる。

【0021】

〔製膜方法〕

本発明における二軸配向ポリエステルフィルムは、以下の方法にて製造するのが好ましい。

【0022】

単層フィルムの場合、溶融ポリエステルをダイからフィルム状に押出し、好ましくは融点 (T_m : $^{\circ}\text{C}$) ないし (T_m+70) $^{\circ}\text{C}$ の温度で押出し、急冷固化して未延伸フィルムとし、さらに該未延伸フィルムを一軸方向 (縦方向または横方向) に (T_g-10) \sim (T_g+70) $^{\circ}\text{C}$ の温度 (但し、 T_g : ポリエステルのガラス転移温度) で所定の倍率に延伸し、次いで上記延伸方向と直角方向 (一段目が縦方向の場合には二段目は横方向となる) に $T_g\sim(T_g+70)^{\circ}\text{C}$ の温度で所定の倍率に延伸し、更に熱処理する方法を用いて製造することができる。その際延伸倍率、延伸温度、熱処理条件等は上記フィルムの特性から選択、決定される。面積延伸倍率は 9 \sim 22 倍、さらには 12 \sim 22 倍にするのが好ましい。熱固定温度は 190 \sim 250 $^{\circ}\text{C}$ の範囲内から、また処理時間は 1 \sim 60 秒の範囲内から決めるとよい。

【0023】

かかる逐次二軸延伸法のほかに、同時二軸延伸法を用いることもできる。また逐次二軸延伸法において縦方向、横方向の延伸回数は一回に限られるものではなく、縦一横延伸を数回の延伸処理により行うことができ、その回数に限定されるものではない。例えば、更に機械特性を上げたい場合には、熱固定処理前の上記二軸延伸フィルムについて、(T_g+20) \sim (T_g+70) $^{\circ}\text{C}$ の温度で熱処理し、更にこの熱処理温度より 10 \sim 40 高い温度で縦方向または横方向に延伸し、続いて更にこの延伸温度より 20 \sim 50 $^{\circ}\text{C}$ 高い温度で横方向または縦方向に延伸し、縦方向の場合総合延伸倍率を 3.0 \sim 5.0 倍、横方向の場合総合延伸倍率を 4.0 \sim 9.0 倍にとすることが好ましい。

【0024】

共押出し法による積層フィルムの場合、二種以上の溶融ポリエステルをダイ内で積層してからフィルム状に押出し、好ましくは融点 (T_m : $^{\circ}\text{C}$) ないし (T_m+70) $^{\circ}\text{C}$ の温度で押出し、または二種以上の溶融ポリエステルをダイから押出した後に積層し、急冷固化して積層未延伸フィルムとし、ついで単層フィルムの場合と同じ方法、条件で二軸延伸、熱処理を行って積層二軸配向フィルムとする。

【0025】

また、塗布法による積層フィルムの場合、前記した（積層）未延伸フィルムまたは（積層）一軸延伸フィルムの片面または両面に所望の塗布液を塗布することで得るのが好ましい。

【0026】

【実施例】

以下、実施例に基いて本発明をさらに説明する。尚、本発明における種々の物性値及び特性は、以下のようにして測定されたものであり、かつ定義される。

【0027】

（１）ヤング率

フィルムを試料幅 10 mm、長さ 15 cm に切り、チャック間 100 mm にして引張速度 10 mm/分、チャート速度 500 mm/分でインストロンタイプの万能引張試験装にて引張り、得られる荷重－伸び曲線の立上り部の接線よりヤング率を計算する。

【0028】

（２）表面粗さ（WR a、WR z）

WYKO 社製非接触式三次元粗さ計（NT-2000）を用いて測定倍率 25 倍、測定面積 $246.6 \mu\text{m} \times 187.5 \mu\text{m}$ (0.0462mm^2) の条件にて、測定数（n）10 以上で測定を行ない、該粗さ計に内蔵された表面解析ソフトにより、中心面平均粗さ（WR a）、および 10 点平均粗さ（WR z）を求める。

【0029】

（A）中心面平均粗さ（WR a）

【0030】

【数 1】

$$WRa = \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^n |Z_{jk} - \bar{Z}| / (m \cdot n)$$

$$\text{ここで、} \bar{Z} = \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^n Z_{jk} / (m \cdot n)$$

【0031】

Z_{jk} は測定方向（246.6 μm ）、それと直行する方向（187.5 μm ）をそれぞれ m 分割、 n 分割したときの各方向の j 番目、 k 番目の位置における三次元粗さチャート上の高さである。

【0032】

(B) 10点平均粗さ (WRz)

ピーク (HP) の高い方から5点と谷 (Hv) の低い方から5点を取り、その平均粗さをWRzとする。

【0033】

【数2】

$$WRz = \frac{(Hp1 + Hp2 + Hp3 + Hp4 + Hp5) - (Hv1 + Hv2 + Hv3 + Hv4 + Hv5)}{5}$$

【0034】

(3) 不活性粒子の平均粒径

島津製作所製CP-50型セントリフュグル パーティクル サイズ アナライザー (Centrifugal Particle Size Analyzer) を用いて測定する。得られる遠心沈降曲線をもとに算出する各粒径の粒径とその存在量との累積曲線から、50マスパーセント (mass percent) に相当する粒径を読み取り、この値を上記平均粒径とする。

【0035】

(4) 熱収縮率

温度105℃に設定された恒温室の中にあらかじめ正確な長さを測定した長さ約30cm、幅1cmのフィルムを無荷重で入れ、30分間保持処理した後取出し、室温に戻してからその寸法の変化を読み取る。熱処理前の長さ (L0) と熱処理後の長さ (L1) より、次式で熱収縮率を求める。

【0036】

【数3】

$$\text{熱収縮率} = (L0 - L1) / L0 \times 100 \quad [\%]$$

【0037】

(5) 温度膨張係数 (αt)

フィルムサンプルをフィルム横方向に長さ 15 mm、幅 5 mm に切り出し、真空理工製 TMA 3000 にセットし、窒素雰囲気下、60℃で30分前処理し、その後室温まで降温させる。その後 25℃から 70℃まで 2℃/分で昇温し、各温度でのサンプル長を測定し、次式より温度膨張係数 (α_t) を算出する。

【0038】

【数 4】

$$\alpha_t = \{ (L_2 - L_1) / (L_1 \times \Delta T) \} \times 10^6 + 0.5 \quad (\text{注})$$

ここで、 L_1 : 40℃時のサンプル長 (mm)

L_2 : 60℃時のサンプル長 (mm)

ΔT : 20 (= 60 - 40℃)

注: 石英ガラスの温度膨張係数 ($\times 10^{-6}$)

である。

【0039】

(6) 湿度膨張係数 (α_h)

フィルムサンプルをフィルム横方向に長さ 15 mm、幅 5 mm に切り出し、真空理工製 TMA 3000 にセットし、窒素雰囲気下から、湿度 30% RH、及び湿度 70% RH の一定に保ち、その時のサンプルの長さを測定し、次式にて湿度膨張係数を算出する。

【0040】

【数 5】

$$\alpha_h = \{ (L_2 - L_1) \times / (L_1 \times \Delta H) \} \times 10^6$$

ここで、 L_1 : 湿度 30% RH 時のサンプル長 (mm)

L_2 : 湿度 70% RH 時のサンプル長 (mm)

ΔH : 40 (= 70 - 30% RH)

である。

【0041】

(7) フィルムの縦方向荷重印加後の幅方向の残留収縮

温度 23℃、湿度 50% の雰囲気下において、12.65 mm (1/2 インチ) にスリットしたフィルムを図 1 に示す通りにセットする。なお、12.65 mm

mにスリットしたサンプルは検出器にて幅寸法が測定できるようにするため、あらかじめ表面にスパッタによって金を蒸着しておく。この状態でフィルムの片側（もう一方は固定）に170g（60z）の重りをつけ、そのときのフィルムの幅（L1）をキーエンス製レーザー外径測定器（本体：3100型、センサー：3060型）にて測定する。

【0042】

その後、49℃（120°F）×90%RHの高温高湿下で、片側（もう一方は固定）に170g（60z）の重りをつけ、72hr（3日間）処理した後、重りを取り外し、温度23℃、湿度50%の雰囲気下で24hr調湿した後、再び、フィルムの片側（もう一方は固定）に170g（60z）の重りをつけ、そのときのフィルムの幅（L2）をキーエンス製レーザー外径測定器（本体：3100型、センサー：3060型）にて測定する。

【0043】

上記で測定した温湿度処理前後の寸法より、荷重下温湿度処理前後の幅寸法変化（αW）は、次式より算出する。

【0044】

【数6】

$$\alpha W = \{ (L2 - L1) \times 100 / L1 \} \times 100 (\%)$$

【0045】

（8）結晶化度

密度勾配管でポリエステルフィルムの密度を測定し、次式より結晶化度を算出する。

【0046】

【数7】

$$\text{結晶化度} (\%) = \frac{d - d_a}{d_c - d_a} \times 100$$

【0047】

ここでd：フィルムの密度、da：非晶密度、dc：結晶密度である。

なお、ポリエチレン-2, 6-ナフタレートの場合、 d_a : 非晶密度 = 1.325 g/cm^3 、 d_c : 結晶密度 = 1.407 g/cm^3 とした。

【0048】

(9) トラックずれ (エラーレート)

メディアロジック社製 ML4500B、QIC 用システムを用いて、下記条件にてエラーレートを測定する。

Current = 15.42mA ,
Frequency : 0.25MHz ,
Location = 0,
Threshold : 40.0 ,
Bad/Good/MAX : 1:1:1 ,
Tracks : 28

尚、エラーレート数は、測定したトラック数 (= 28) の平均値で表わす。

【0049】

条件 1 および条件 2 の測定は次のように行う。

条件 1 : 10℃、10%RH の温湿度下で記録した後 45℃、80%RH の温湿度下で再生し、温湿度変化によるトラックずれ量を測定する。

条件 2 : 23℃、50%RH の温湿度下で記録した後 40℃、60%RH の温湿度下で 60 時間繰り返し走行させ、23℃、50%RH の温湿度下に戻し、24 時間保持した後、記録を再生し、比較的高温高湿度下での走行による幅収縮によるトラックずれ量を測定する。

【0050】

評価基準は次の通りである。

- ◎ : エラーレート無し
- : エラーレートは有るが、実用上問題無し
- × : エラーレートが多く、実用上問題あり

【0051】

【実施例 1】

平均粒径 $0.6 \mu\text{m}$ の炭酸カルシウム粒子を 0.02 重量%、平均粒径 0.1

μm のシリカ粒子を0.2重量%含有したポリエチレン-2, 6-ナフタレート
を180℃で5時間乾燥した後、押出機ホッパーに供給し、300℃で熔融し、
T型押出ダイを用いて押出し、表面仕上げ0.3S、表面温度60℃に保持した
キャストイングドラム上で急冷固化せしめて、未延伸フィルムを得た。

【0052】

この未延伸フィルムを75℃にて予熱し、更に低速、高速のロール間で14m
m上方より830℃の表面温度の赤外線ヒーターにて加熱して5.1倍に延伸し
、急冷し、続いてステンターに供給し、125℃にて横方向に4.8倍延伸した
。さらに引き続いて240℃で10秒間熱固定した後、120℃にて横方向に1
。0%弛緩処理をし、厚み4.5 μm の二軸配向フィルムを得た。得られたフ
ィルムのヤング率は縦方向8GPa、横方向6.5GPaであった。

【0053】

一方、下記に示す組成物をボールミルに入れ、16時間混練、分散した後、イ
ソシアネート化合物（バイエル社製のデスモジュールL）5重量部を加え、1時
間高速剪断分散して磁性塗料とした。

磁性塗料の組成：

針状Fe粒子	100重量部
塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体 (積水化学製エスレック7A)	15重量部
熱可塑性ポリウレタン樹脂	5重量部
酸化クロム	5重量部
カーボンブラック	5重量部
レシチン	2重量部
脂肪酸エステル	1重量部
トルエン	50重量部
メチルエチルケトン	50重量部
シクロヘキサノン	50重量部

【0054】

この磁性塗料を上述のポリエチレン-2, 6-ナフタレートフィルムの片面に

塗布厚さ 0.5 μm となるように塗布し、次いで 2500 ガウスの直流磁場中で配向処理を行ない、100℃で加熱乾燥後、スーパーカレンダー処理（線圧 2000 N/cm、温度 80℃）を行ない、巻き取った。この巻き取ったロールを 55℃のオープン中に 3 日間放置した。

【0055】

さらに下記組成のバックコート層塗料を厚さ 1 μm に塗布し、乾燥させ、さらに 6.35 mm (= 1' / 4) に裁断し、磁気テープを得た。

バックコート層塗料の組成：

カーボンブラック	100 重量部
熱可塑性ポリウレタン樹脂	60 重量部
イソシアネート化合物	18 重量部
(日本ポリウレタン工業社製コロネート L)	
シリコーンオイル	0.5 重量部
メチルエチルケトン	250 重量部
トルエン	50 重量部

得られたフィルム及びテープの特性を表 1 に示す。この表から明らかなように、エラーレートが少なく、出力特性も良好であった。

【0056】

[実施例 2]

平均粒径 0.3 μm の架橋シリコーン樹脂粒子を 0.13 重量%、平均粒径 0.1 μm の球状シリカ粒子を 0.25 重量%含有した A 層用ポリエチレン-2，6-ナフタレートと、平均粒径 0.1 μm の球状シリカ粒子を 0.1 重量%含有した B 層用ポリエチレン-2，6-ナフタレートを作成した。このポリエチレン-2，6-ナフタレートのペレットを 180℃で 5 時間乾燥した後、2 台の押出機ホッパーにそれぞれ供給し、熔融温度 300℃で熔融し、マルチマニホールド型共押出しダイを用いて A 層と B 層を積層して押出し、表面仕上げ 0.3 S、表面温度 60℃に保持したキャスティングドラム上で急冷固化せしめて、未延伸フィルムを得た。

【0057】

この未延伸フィルムを 7 5℃にて予熱し、更に低速、高速のロール間で 1 4 m m 上方より 8 3 0℃の表面温度の赤外線ヒーターにて加熱して 5. 4 倍に延伸し、急冷し、続いてステンターに供給し、1 2 5℃にて横方向に 3. 9 倍延伸した。さらに引き続いて 2 2 0℃で 1 0 秒間熱固定した後、1 2 0℃にて横方向に 4. 0 %弛緩処理をし、厚み 4. 5 μ m の二軸配向フィルムを得た。得られたフィルムのヤング率は縦方向 9 G P a 、横方向 6 G P a であった。

【0 0 5 8】

以下は実施例 1 と同様の方法で熱処理後、実施例 1 と同じ磁性塗料を B 層面に、反対面の A 層面に実施例 1 と同じバックコートを塗布し、磁気テープを得て評価した。この結果を表 1 に示す。実施例 1 と同様に良好な結果が得られた。

【0 0 5 9】

〔実施例 3〕

実施例 2 の A 層用不活性粒子を平均粒径 0. 3 μ m の球状シリカ粒子 0. 2 5 重量%、平均粒径 0. 1 μ m の球状シリカ粒子 0. 2 3 重量%と変更し、B 層用不活性粒子には、平均粒径 0. 1 μ m の球状シリカ 0. 0 1 重量%を用い、また熱固定温度を 2 0 0℃、かつまた横弛緩率を 2. 0 %にする以外は実施例 2 と同様にして、厚み 4. 5 μ m の二軸配向フィルムを得た。得られたフィルムのヤング率は縦方向 9 G P a 、横方向 6 G P a であった。

【0 0 6 0】

この二軸配向フィルムを実施例 2 と同様に加工して磁気テープを得た。この結果を表 1 に示す。実施例 1 と同様に良好な結果が得られた。

【0 0 6 1】

〔比較例 1, 2〕

実施例 2 と同様の方法で未延伸フィルムを得、この未延伸フィルムを実施例 2 と同様の方法で延伸し、表 1 に示す熱固定温度で 1 0 秒間処理して、厚み 5. 0 μ m の二軸配向フィルムを得た。また磁気テープは実施例 2 と同様にして得た。

【0 0 6 2】

表 1 に示したように条件 1 あるいは条件 2 においてトラックずれが大きく、悪い結果となった。

【 0 0 6 3 】

[比較例 3 ～ 5]

実施例 2 と同様の方法で未延伸フィルムを得、この未延伸フィルムを表 1 に示したヤング率になるように縦延伸倍率および横延伸倍率を調整し、熱固定を 2 0 5℃で 1 0 秒間処理して、4. 5 μ m の二軸配向フィルムを得た。また磁気テープは実施例 2 と同様にして得た。

【 0 0 6 4 】

表 1 に示したように条件 1 あるいは条件 2 においてトラックずれが大きく、悪い結果となった。

【 0 0 6 5 】

【表 1】

ポリマーの種類	方向	単位	実施例 1		実施例 2		実施例 3		比較例 1		比較例 2		比較例 3		比較例 4		比較例 5	
			PEN	PEN	PEN	PEN	PEN	PEN	PEN	PEN	PEN	PEN	PEN	PEN	PEN	PEN	PEN	PEN
厚み		μm	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5
ヤング率	縦方向	GPa	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0
	幅方向	"	6.5	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0
熱固定温度		$^{\circ}\text{C}$	240	220	220	200	200	250	250	250	180	180	205	205	205	205	205	205
幅方向弛緩率(トーン)		%	1	4	4	2	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
結晶化度		%	43	36	36	29	29	46	46	46	25	25	33	33	33	33	33	33
TD熱収	幅方向	%	0.2	0	0	0.5	0.5	0.2	0.2	0.2	0.8	0.8	0.3	0.3	0.2	0.2	0.4	0.4
温度膨張係数(α_t)	幅方向	$\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$	14	15	15	11	11	19	19	19	9	9	3	3	19	19	-5	-5
湿度膨張係数(α_h)	幅方向	$\times 10^{-6}/\%\text{RH}$	14	13	13	13	13	16	16	16	11	11	9	9	17	17	7	7
$\alpha_t + 2\alpha_h$	幅方向		42	41	41	37	37	51	51	51	31	31	21	21	53	53	9	9
縦方向荷重下温湿度処理	幅方向	%	0.18	0.20	0.20	0.35	0.35	0.15	0.15	0.15	0.50	0.50	0.41	0.41	0.20	0.20	0.58	0.58
前後の幅寸法収縮	条件 1		○	○	○	○	○	×	×	×	○	○	◎	◎	×	×	◎	◎
トラッキングずれ	条件 2		◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	×	×	×	×	○	○	×	×

【0066】

【発明の効果】

本発明によれば、トラックずれによるエラーレートの発生がなく、出力特性に優れるデジタルデータストレージテープとして有用な磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルムを提供することができる。

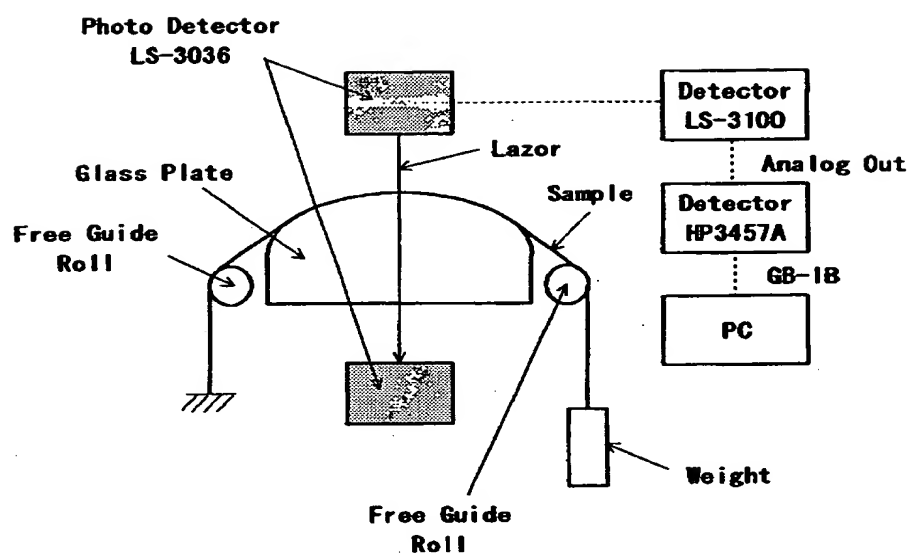
【図面の簡単な説明】

【図 1】

フィルム横方向の収縮率を測定する装置の説明図である。

【書類名】 図面

【図 1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 特にリニアトラック方式のデジタルデータストレージ用途に有用なフィルムで、テープ幅の寸法変化によるトラックずれによるエラーが発生し難く、出力特性を向上させる。

【解決手段】 厚みが $3 \sim 7 \mu$ の二軸配向ポリエステルフィルムであって、

(1) 縦方向に $170 (g/12.65mm)$ の荷重をかけ、 $49^{\circ}C$ 、 $90\%RH$ で 72 時間処理した時の処理前後の幅方向の寸法変化が 0.40% 以下で、

(2) 該フィルムの結晶化度が $27 \sim 45\%$ で、

(3) 該フィルムの幅方向の温度膨張係数 $\alpha_t (\times 10^{-6}/^{\circ}C)$ と湿度膨張係数 $\alpha_h (\times 10^{-6}/\%RH)$ の関係が $(\alpha_t + 2\alpha_h) \leq 45$ であり、かつ

(4) 該フィルムの幅方向の熱収縮率が $0 \sim 0.7\%$ である

であることを特徴とする磁気記録媒体用二軸配向ポリエステルフィルム。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 3 0 0 1]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 2 8 日

[変更理由] 新規登録

住 所 大阪府大阪市中央区南本町 1 丁目 6 番 7 号
氏 名 帝人株式会社